

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

JP0668 U.S. PTO  
09/865476  
05/29/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 5月31日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-162713

出 願 人

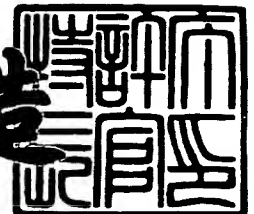
Applicant(s):

大同特殊鋼株式会社

2001年 4月27日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3035307

【書類名】 特許願

【提出日】 平成12年 5月31日

【整理番号】 H12-1970

【あて先】 特許庁長官 近藤 隆彦 殿

【国際特許分類】 H01F 07/00

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県東海市加木屋町南鹿持 1 8 番地

    【氏名】 大松澤 亮

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県東海市加木屋町南鹿持 1 8 番地

    【氏名】 入山 恭彦

【特許出願人】

    【識別番号】 000003713

    【氏名又は名称】 大同特殊鋼株式会社

    【代表者】 ▲高▼山 剛

【代理人】

    【識別番号】 100070161

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 須賀 総夫

    【電話番号】 03-3534-1980

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 008899

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 9708849

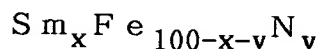
【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 粉末磁石材料、その製造方法および磁石

【特許請求の範囲】

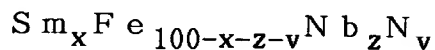
【請求項 1】 合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することにより製造された  $\text{Sm}_x\text{Fe}_{100-x-v}\text{N}_v$  系磁石粉末において、



〔式中、 $7 \leq x \leq 12$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 20$ である。〕

なる組成と、 $\text{TbCu}_7$ 構造を有し、体積にして80%以上が直径0.1～10  $\mu\text{m}$ の範囲内の粒子であることを特徴とする粉末磁石材料。

【請求項 2】 合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することにより製造された  $\text{Sm}_x\text{Fe}_{100-x-z-v}\text{Nb}_z\text{N}_v$  系磁石粉末において、



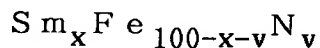
〔式中、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0 \leq z \leq 2.0$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 20$ である。〕

なる組成と、 $\text{TbCu}_7$ 構造を有し、体積にして80%以上が直径0.1～10  $\mu\text{m}$ の範囲内の粒子であることを特徴とする粉末磁石材料。

【請求項 3】  $\text{Sm}$ の50%以下を $\text{Sm}$ 以外の希土類元素で置換した請求項 1 または 2 の粉末磁石材料。

【請求項 4】  $\text{Fe}$ の30%以下を $\text{Co}$ で置換した請求項 1 または 2 の粉末磁石材料。

【請求項 5】 合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することからなる  $\text{Sm}_x\text{Fe}_{100-x-v}\text{N}_v$  系粉末磁石材料を製造する方法において、

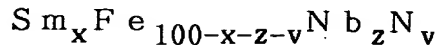


〔式中、 $7 \leq x \leq 12$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 20$ である。〕

の組成となるとともに、 $\text{TbCu}_7$ 構造を有するように $\text{Sm}$ および $\text{Fe}$ 成分を配合して溶解するとともに、窒化の条件を選択し、ロール急冷を、ロール周速15～35 m/秒の範囲に選んで実施することにより、体積にして80%以上が直径0.1～10  $\mu\text{m}$ の範囲内の粒子である磁石粉末を得ることを特徴とする粉末磁石材料の製造方法。

【請求項 6】 合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化

することからなる S m F e N 系粉末磁石材料を製造する方法において、



[式中、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0 \leq z \leq 2.0$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 2.0$ である。]

の組成となるとともに、T b C u<sub>7</sub>構造を有するように S m、F e および N b 成分を配合して溶解するとともに、窒化の条件を選択し、ロール急冷を、ロール周速 15 ~ 35 m / 秒の範囲に選んで実施することにより、体積にして 80 % 以上が直径 0.1 ~ 10 μ m の範囲内の粒子である磁石粉末を得ることを特徴とする粉末磁石材料の製造方法。

【請求項 7】 請求項 1 ないし 4 のいずれかの磁石粉末を、バインダーとともに磁石形状に成形してなるボンド磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、磁気特性が良好で、とくに高いエネルギー積を示す点ですぐれ、安価に製造することができる永久磁石粉末と、その製造方法に関する。本発明はまた、この磁石粉末を使用したボンド磁石にも関する。

【0002】

【従来の技術】

希土類系の等方性ボンド磁石は、エネルギー積の高いことと成形性がよいことが取柄であって、各種の電子機器や O A 機器類に使用するモータ部品を中心に、広く使用されている。この種の機器類は、ますます高性能化や小型化が進み、それに伴って、使用するボンド磁石のいっそうの高性能化が要求される。

【0003】

現在、希土類ボンド磁石の主流は、ロール急冷法と呼ばれる製造法で製造した F e - N d - B 系の磁石粉末を、バインダー樹脂で結合した等方性ボンド磁石である。ロール急冷法が採用される理由は、磁石の重要な特性である保磁力を高めるには磁石粉末の結晶粒を微細にしなければならず、結晶粒微細化のためには、高い冷却速度を実現できる冷却法が必要だからである。

【0004】

最近、Sm-Fe-N系が、Fe-Nd-B系と同等またはそれ以上の高い性能を発揮する磁石材料として、期待を集めている。

## 【0005】

SmFeN系磁石の材料とする急冷粉末に関しては、1991年に、Journal of Applied Physics, Vol.70, No.6, p.3188-3196に詳細な研究が発表された。それによると、ロール急冷時のロール周速の高低により、磁石粉末の結晶構造が異なり、磁気特性にも差異があらわれる。この論文には、それぞれ、15、50および60 m/秒のロール周速で急冷したSm-Fe粉末を窒化して製造したSmFeN粉末の磁気特性が示されている。到達した最良の特性は、60 m/秒のロール周速で急冷したときに得られた、保磁力が4.9 kA/cm (6.2 kOe) で、最大エネルギー積 (BH) maxが69.6 kJ/m (8.75 MGOe) という値である。この最大エネルギー積は、現在汎用されているFe-Nd-B系急冷粉末自体のそれが15 MGOe前後であることを考えると、実用的な磁気特性が得られたとはいえない。

## 【0006】

その後、SmFeN急冷粉末の磁気特性を高める試みが続けられた。実用的な磁気特性が得られたとする例を挙げれば、「粉体および粉末冶金」第46巻第6号(1999年)第581-588頁の研究報告があり、そこにはSmZrFeCoN等方性ボンド磁石の開発例が開示されている。この磁石は、上記した、1991年当時のSmFeN系急冷粉末を用いた磁石よりは磁気特性が改善され、Fe-Nd-B系ボンド磁石に近い性能を示す。

## 【0007】

しかし、この磁石材料を製造するための急冷ロールの周速は、75 m/秒を必要とするとのことであり、これは、従来Fe-Nd-B系磁石粉末の製造に当たり実施していたロール急冷にくらべ、周速にして4倍程度の高い速度である。このような高い周速でロール急冷を行なうと、ロールを急速回転させる上でのメカニカルな問題は克服できても、製品の急冷リボンの歩留まりが低下したり、冷却不十分な粉末が混入して製品品質が低下したりして、磁性粉末製造そのものに困難が生じる。

## 【0008】

上記の文献によると、ロール急冷により得られるSmZrFeCoN磁石のフレークは、厚さが10～15 $\mu$ mであるという。これはFe-Nd-B系磁石で通常製造されるフレークの厚さの半分以下である。このような薄片を金型で成形しようとする、充填密度が高められないため、成形体の寸法精度が悪くなったり、製品にワレ・カケ・はがれなどが生じやすくなったりする。充填密度が低いということは、磁石としての特性が低くなるという結果を招き、磁石合金粉末のもつ磁気特性が生かされないことになる。

## 【0009】

発明者らは、SmFeN系磁石材料において常識とされた、高い磁気特性を実現するためには結晶粒をきわめて微細に、具体的には直径0.05 $\mu$ mまたはそれ以下にしなければならない、という既成の考えに疑問を感じ、研究した結果、平均粒子径がこれより1桁高くても、粒度分布を調整することにより、十分に実用的な磁気特性が得られることを見出した。

## 【0010】

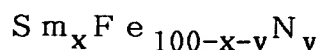
## 【発明が解決しようとする課題】

したがって本発明の目的は、上述した発明者らの得た新知見を活用し、溶湯のロール急冷およびそれに続く窒化により製造されるSmFeN系粉末磁石材料であって、極端に速くはない冷却速度で製造しても高い磁気特性を有し、かつ、過度に薄いフレークではない磁石粉末を提供し、それによって高い磁気特性をそなえたボンド磁石を製造可能にすることにある。このような磁石粉末を製造する適切な方法を提供することもまた、本発明の目的に包含される。

## 【0011】

## 【課題を解決するための手段】

本発明のSmFeN系粉末磁石材料の基本的な態様は、合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することにより製造されたSmFeN系磁石粉末において、

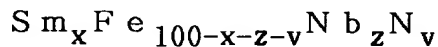


[式中、 $7 \leq x \leq 12$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 20$ である。]

なる組成と、 $TbCu_7$ 構造を有し、体積にして80%以上が直径0.1~10  $\mu m$ の範囲内の粒子であることを特徴とする。

【0012】

本発明のSmFeN系粉末磁石材料の好適な態様は、合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することにより製造されたSmFeN系磁石粉末において、

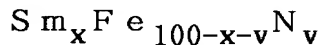


[式中、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0 \leq z \leq 2.0$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 20$ である。]

なる組成と、 $TbCu_7$ 構造を有し、体積にして80%以上が直径0.1~10  $\mu m$ の範囲内の粒子であることを特徴とする。

【0013】

上記の基本的な態様のSmFeN系粉末磁石材料を製造する本発明の方法は、合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することからなる、SmFeN系磁石材料を製造する方法において、

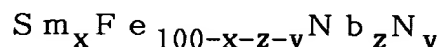


[式中、 $7 \leq x \leq 12$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 20$ である。]

の組成となるとともに、 $TbCu_7$ 構造を有するようにSmおよびFe成分を配合し、急冷ロールの周速を15~35 m/秒の範囲に選び、かつ窒化の条件を選択することにより、体積にして80%以上が直径0.1~10  $\mu m$ の範囲内の粒子である磁石粉末を得ることを特徴とする。

【0014】

上記の好適な態様のSmFeN系磁石粉末を製造する本発明の方法は、合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することからなるSmFeN系粉末磁石材料を製造する方法において、



[式中、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0 \leq z \leq 2.0$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 20$ である。]

の組成となるとともに、 $TbCu_7$ 構造を有するようにSm、FeおよびNb成分を配合し、急冷ロールの周速を15~35 m/秒の範囲に選び、かつ窒化の条件を選択することにより、体積にして80%以上が直径0.1~10  $\mu m$ の範囲

内の粒子である磁石粉末を得ることを特徴とする。

【0015】

【発明の実施形態】

上記の組成において、Smの50%以下をSm以外の希土類元素、たとえば、Y、Nd、Pr、Ce、LaまたはGdで置換することができる。Feの30%以下を、Coで置換することもできる。

【0016】

本発明の粉末磁石材料は、フレーク状粉末の厚さが15～30 $\mu$ mである。この厚さは、極端に急速なロール急冷を行なわない製法、具体的には、15～35m/秒、好適には25～35m/秒のロール周速がもたらしたものである。

【0017】

溶湯のロール急冷は、Arガスの雰囲気下に、圧力0.0001Torrないし2気圧の条件で実施するのが適当である。

【0018】

本発明の磁石粉末において、合金組成を上記のように限定した理由は、つぎのとおりである。

【0019】

Sm：7～12原子%

Smが7%に満たない少量では、不純物として $\alpha$ -Feが多量に混入し、磁石の保磁力が低い。12%を超える多量になると残留磁束密度が低下し、大きな最大エネルギー積(BH)<sub>max</sub>を得ることができなくなる。

【0020】

Nb：0.1～2.0原子%

Nbは、この磁石合金を急冷したときの結晶粒子の粒径分布を均一化するはたらきがあって、良好な磁気特性の実現を助ける有用な元素であるから、添加することが好ましい。この効果は0.1%以上の添加で顕著になるから、添加する場合は、0.1～2.0原子%の範囲内で添加量を選択する。磁気特性の観点からみると、Nbは磁化を減少させて好ましくない存在であるから、2.0%までの添加に止め、高い残留磁束密度を確保するのが得策である。



## 【 0 0 2 1 】

S m の一部を他の希土類元素で置き換えることは、原料の純度に対する要求を下げ、コストの低廉化を狙う場合に有効である。ただし、置き換えられる量は 5 0 % が限界であって、これを超えると、保磁力が著しく低下する。

## 【 0 0 2 2 】

F e の一部を C o で置き換えることは、よく知られているように、キュリー点を高めて、磁石に耐高温性を与える。しかし、多量の C o の添加は残留磁束密度を低下させ、コストを高めるから不利であって、置き換え量は 3 0 % が実用上の限界である。

## 【 0 0 2 3 】

本発明の磁石粉末は、適宜のバインダーと混合し、所望の形状に成形してボン ド磁石とすることができる。その手段は任意であって、たとえばエポキシ樹脂のような熱硬化性樹脂と混合して圧縮成形すること、ナイロンのような熱可塑性樹脂と混合して射出成形または押出成形することなど、既知のボン ド磁石製造技術のいずれによることもできる。

## 【 0 0 2 4 】

## 【実施例 1 および比較例】

S m - F e 合金または S m - F e - N b 合金の原料を、底部に直径 0 . 5 m m の細孔をそなえた石英製のノズルに入れ、A r 雰囲気中で高周波溶解したのち、高速回転している銅製ロール上に溶湯を噴射することにより急冷して、リボンを得た。このとき、ロール周速を、表 1 に示すように変化させた。

## 【 0 0 2 5 】

集めたりボンをピンミルで粉砕し、得られたフレークの中から、約 3 0 0  $\mu$  m のふるい目を通過する粉末を採取した。それらの粉末を、A r 雰囲気中で、7 0 0 °C に 1 0 分間加熱する熱処理をしてから管状炉に入れ、アンモニア：水素 = 1 : 3 (容積比) の混合ガス雰囲気中で、4 5 0 °C に 3 0 分間加熱する窒化処理を施した。

## 【 0 0 2 6 】

薄いフレーク状の磁石粉末の厚さを、マイクロメータで測定した。粒径の分布

は、電子顕微鏡写真の画面に現れた各結晶粒子の長径および短径を測定し、それらを平均することによって調べ、平均値が  $0.1 \sim 1.0 \mu\text{m}$  の範囲に入る粒子が、面積率にしてどの程度を占めるかを算出した。例として、No. 12 (Sm-Fe) および No. 36 (Sm-Fe-Nb) の磁石粉末の電子顕微鏡写真を、それぞれ図 1 および図 2 に示す。

## 【 0 0 2 7 】

窒化後の磁石粉末の組成を、粒径が  $0.1 \sim 1.0 \mu\text{m}$  の範囲に入る粒子の面積率とともに、表 1 に示す。No. 12 の試料を X 線回折にかけ、図 3 に示すチャートを得た。このチャートは、窒化後の合金が  $\text{TbCu}_7$  構造を有することを示している。

## 【 0 0 2 8 】

表 1 (その 1)

| No.   | 磁石合金組成   | ロール周速<br>(m/秒) | 径 $0.1 \sim 1.0 \mu\text{m}$<br>の面積率 ( $\mu\text{m}$ ) |
|-------|--|----------------|--|
| 1 *   | $\text{Sm}_{6.5}\text{Fe}_{83.9}\text{N}_{9.6}$  | 1 5            | 8 1  |
| 2 *   | $\text{Sm}_{6.5}\text{Fe}_{83.9}\text{N}_{9.6}$  | 2 5            | 8 4  |
| 3 *   | $\text{Sm}_{6.5}\text{Fe}_{83.9}\text{N}_{9.6}$  | 3 5            | 8 9  |
| 4     | $\text{Sm}_{7.0}\text{Fe}_{82.9}\text{N}_{10.1}$ | 1 5            | 8 0  |
| 5     | $\text{Sm}_{7.0}\text{Fe}_{82.9}\text{N}_{10.1}$ | 2 5            | 8 5  |
| 6     | $\text{Sm}_{7.0}\text{Fe}_{82.9}\text{N}_{10.1}$ | 3 5            | 8 7  |
| 7 *   | $\text{Sm}_{8.2}\text{Fe}_{79.5}\text{N}_{12.3}$ | 1 0            | 6 9  |
| 8     | $\text{Sm}_{8.2}\text{Fe}_{79.5}\text{N}_{12.3}$ | 1 5            | 8 0  |
| 9     | $\text{Sm}_{8.2}\text{Fe}_{79.5}\text{N}_{12.3}$ | 2 0            | 8 2  |
| 1 0   | $\text{Sm}_{8.2}\text{Fe}_{79.5}\text{N}_{12.3}$ | 2 5            | 8 3  |
| 1 1   | $\text{Sm}_{8.2}\text{Fe}_{79.5}\text{N}_{12.3}$ | 3 0            | 8 6  |
| 1 2   | $\text{Sm}_{8.2}\text{Fe}_{79.5}\text{N}_{12.3}$ | 3 5            | 8 8  |
| 1 3 * | $\text{Sm}_{8.2}\text{Fe}_{79.5}\text{N}_{12.3}$ | 4 0            | 8 9  |
| 1 4   | $\text{Sm}_{9.1}\text{Fe}_{77.6}\text{N}_{13.2}$ | 1 5            | 8 3  |
| 1 5   | $\text{Sm}_{9.1}\text{Fe}_{77.6}\text{N}_{13.2}$ | 2 5            | 8 6  |

|     |  |    |    |
|-----|--|----|----|
| 16  | $\text{Sm}_{9.1}\text{Fe}_{77.6}\text{Nb}_{13.2}$                | 35 | 87 |
| 17  | $\text{Sm}_{12.0}\text{Fe}_{69.9}\text{Nb}_{18.1}$               | 15 | 81 |
| 18  | $\text{Sm}_{12.0}\text{Fe}_{69.9}\text{Nb}_{18.1}$               | 25 | 84 |
| 19  | $\text{Sm}_{12.0}\text{Fe}_{69.9}\text{Nb}_{18.1}$               | 35 | 86 |
| 20* | $\text{Sm}_{13.0}\text{Fe}_{67.5}\text{Nb}_{19.5}$               | 15 | 81 |
| 21* | $\text{Sm}_{13.0}\text{Fe}_{67.5}\text{Nb}_{19.5}$               | 25 | 83 |
| 22* | $\text{Sm}_{13.0}\text{Fe}_{67.5}\text{Nb}_{19.5}$               | 35 | 85 |
| 23  | $\text{Sm}_{7.7}\text{Fe}_{80.6}\text{Nb}_{0.1}\text{Nb}_{11.6}$ | 25 | 83 |
| 24  | $\text{Sm}_{7.7}\text{Fe}_{80.6}\text{Nb}_{0.1}\text{Nb}_{11.6}$ | 30 | 84 |

表 1 (その2)

| No. | 磁石合金組成   | ロール周速 径0.1~1.0 $\mu\text{m}$<br>(m/秒) の面積率 ( $\mu\text{m}$ ) |    |
|-----|--|--|----|
|     |  |  |    |
| 25  | $\text{Sm}_{7.7}\text{Fe}_{80.6}\text{Nb}_{0.1}\text{Nb}_{11.6}$ | 35   | 86 |
| 26  | $\text{Sm}_{8.2}\text{Fe}_{79.5}\text{Nb}_{0.1}\text{Nb}_{12.2}$ | 25   | 82 |
| 27  | $\text{Sm}_{8.2}\text{Fe}_{79.5}\text{Nb}_{0.1}\text{Nb}_{12.2}$ | 30   | 86 |
| 28  | $\text{Sm}_{8.2}\text{Fe}_{79.5}\text{Nb}_{0.1}\text{Nb}_{12.2}$ | 35   | 87 |
| 29  | $\text{Sm}_{9.5}\text{Fe}_{76.1}\text{Nb}_{0.1}\text{Nb}_{14.3}$ | 25   | 85 |
| 30  | $\text{Sm}_{9.5}\text{Fe}_{76.1}\text{Nb}_{0.1}\text{Nb}_{14.3}$ | 30   | 84 |
| 31  | $\text{Sm}_{9.5}\text{Fe}_{76.1}\text{Nb}_{0.1}\text{Nb}_{14.3}$ | 35   | 85 |
| 32  | $\text{Sm}_{7.6}\text{Fe}_{80.2}\text{Nb}_{0.7}\text{Nb}_{11.5}$ | 25   | 86 |
| 33  | $\text{Sm}_{7.6}\text{Fe}_{80.2}\text{Nb}_{0.7}\text{Nb}_{11.5}$ | 30   | 84 |
| 34  | $\text{Sm}_{7.6}\text{Fe}_{80.2}\text{Nb}_{0.7}\text{Nb}_{11.5}$ | 35   | 88 |
| 35  | $\text{Sm}_{8.1}\text{Fe}_{78.9}\text{Nb}_{0.7}\text{Nb}_{12.2}$ | 25   | 83 |
| 36  | $\text{Sm}_{8.1}\text{Fe}_{78.9}\text{Nb}_{0.7}\text{Nb}_{12.2}$ | 30   | 83 |
| 37  | $\text{Sm}_{8.1}\text{Fe}_{78.9}\text{Nb}_{0.7}\text{Nb}_{12.2}$ | 35   | 86 |
| 38  | $\text{Sm}_{9.5}\text{Fe}_{75.6}\text{Nb}_{0.7}\text{Nb}_{14.2}$ | 25   | 86 |
| 39  | $\text{Sm}_{9.5}\text{Fe}_{75.6}\text{Nb}_{0.7}\text{Nb}_{14.2}$ | 30   | 85 |
| 40  | $\text{Sm}_{9.5}\text{Fe}_{75.6}\text{Nb}_{0.7}\text{Nb}_{14.2}$ | 35   | 91 |

|     |   |     |     |
|-----|---|-----|-----|
| 4 1 | S m <sub>7.7</sub> F e <sub>79.2</sub> N b <sub>1.5</sub> N <sub>11.6</sub> | 2 5 | 8 4 |
| 4 2 | S m <sub>7.7</sub> F e <sub>79.2</sub> N b <sub>1.5</sub> N <sub>11.6</sub> | 3 0 | 8 7 |
| 4 3 | S m <sub>7.7</sub> F e <sub>79.2</sub> N b <sub>1.5</sub> N <sub>11.6</sub> | 3 5 | 8 9 |
| 4 4 | S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.2</sub> N b <sub>1.5</sub> N <sub>12.2</sub> | 2 5 | 8 3 |
| 4 5 | S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.2</sub> N b <sub>1.5</sub> N <sub>12.2</sub> | 3 0 | 8 7 |
| 4 6 | S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.2</sub> N b <sub>1.5</sub> N <sub>12.2</sub> | 3 5 | 9 0 |
| 4 7 | S m <sub>9.5</sub> F e <sub>74.8</sub> N b <sub>1.5</sub> N <sub>14.2</sub> | 2 5 | 8 4 |
| 4 8 | S m <sub>9.5</sub> F e <sub>74.8</sub> N b <sub>1.5</sub> N <sub>14.2</sub> | 3 0 | 8 6 |

表 1 (その3)

| N o . | 磁石合金組成  | ロール周速 径0.1~1.0 μ m<br>(m/秒) の面積率 (μ m) |     |
|-------|---|--|-----|
|       |   |  |     |
| 4 9   | S m <sub>9.5</sub> F e <sub>74.8</sub> N b <sub>1.5</sub> N <sub>14.2</sub> | 3 5                                    | 9 2 |
| 5 0   | S m <sub>7.7</sub> F e <sub>78.8</sub> N b <sub>2.0</sub> N <sub>11.5</sub> | 2 5                                    | 8 2 |
| 5 1   | S m <sub>7.7</sub> F e <sub>78.8</sub> N b <sub>2.0</sub> N <sub>11.5</sub> | 3 0                                    | 8 6 |
| 5 2   | S m <sub>7.7</sub> F e <sub>78.8</sub> N b <sub>2.0</sub> N <sub>11.5</sub> | 3 5                                    | 8 9 |
| 5 3   | S m <sub>8.1</sub> F e <sub>77.8</sub> N b <sub>2.0</sub> N <sub>12.1</sub> | 2 5                                    | 8 7 |
| 5 4   | S m <sub>8.1</sub> F e <sub>77.8</sub> N b <sub>2.0</sub> N <sub>12.1</sub> | 3 0                                    | 8 8 |
| 5 5   | S m <sub>8.1</sub> F e <sub>77.8</sub> N b <sub>2.0</sub> N <sub>12.1</sub> | 3 5                                    | 9 0 |
| 5 6   | S m <sub>9.5</sub> F e <sub>74.2</sub> N b <sub>2.0</sub> N <sub>14.3</sub> | 2 5                                    | 8 5 |
| 5 7   | S m <sub>9.5</sub> F e <sub>74.2</sub> N b <sub>2.0</sub> N <sub>14.3</sub> | 3 0                                    | 8 8 |
| 5 8   | S m <sub>9.5</sub> F e <sub>74.2</sub> N b <sub>2.0</sub> N <sub>14.3</sub> | 3 5                                    | 8 9 |
| 5 9 * | S m <sub>8.0</sub> F e <sub>77.5</sub> N b <sub>2.5</sub> N <sub>12.0</sub> | 2 5                                    | 8 6 |
| 6 0 * | S m <sub>8.0</sub> F e <sub>77.5</sub> N b <sub>2.5</sub> N <sub>12.0</sub> | 3 0                                    | 8 9 |
| 6 1 * | S m <sub>8.0</sub> F e <sub>77.5</sub> N b <sub>2.5</sub> N <sub>12.0</sub> | 3 5                                    | 9 2 |

各磁石粉末の磁気特性を、振動試料型磁力計 (V S M) で測定した。ここでは磁石合金の真密度を、 $7.6 \text{ g/cm}^3$ として計算した。得られた結果を、表 2 に示す。

## 【 0 0 2 9 】

磁石粉末に2重量%のエポキシ樹脂を混合し、プレス金型に入れて、 $10\text{ t/cm}^2$ の圧力で圧縮成形することにより、直径10mm、高さ7mmの円柱状をした成形体を得た。この成形体を、窒素雰囲気中で $150^\circ\text{C} \times 1$ 時間の加熱をして、エポキシ樹脂を硬化させた。得られたボンド磁石の磁気特性を、BHループトレーサーにより測定した。その結果を、表2にあわせて示す。

## 【 0 0 3 0 】

表 2 (その1)

| No. | 粉末の磁気特性 |          |                | ボンド磁石の磁気特性 |          |                |
|-----|---------|----------|----------------|------------|----------|----------------|
|     | Br(kG)  | iHc(kOe) | [BH] max(MGOe) | Br(kG)     | iHc(kOe) | [BH] max(MGOe) |
| 1 * | 8. 8    | 4. 6     | 9. 7           | 8. 1       | 4. 5     | 7. 6           |
| 2 * | 9. 3    | 4. 8     | 7. 3           | 8. 5       | 4. 8     | 5. 6           |
| 3 * | 10. 6   | 4. 9     | 8. 2           | 9. 5       | 4. 9     | 6. 2           |
| 4   | 9. 2    | 6. 4     | 12. 8          | 8. 5       | 6. 3     | 10. 0          |
| 5   | 9. 7    | 7. 1     | 13. 2          | 8. 8       | 7. 0     | 10. 2          |
| 6   | 10. 1   | 6. 9     | 13. 5          | 9. 1       | 6. 8     | 10. 3          |
| 7 * | 7. 6    | 6. 8     | 8. 1           | 7. 0       | 6. 7     | 6. 4           |
| 8   | 8. 4    | 8. 3     | 13. 1          | 7. 6       | 8. 2     | 10. 2          |
| 9   | 8. 6    | 8. 6     | 13. 6          | 7. 7       | 8. 5     | 10. 6          |
| 10  | 8. 7    | 8. 9     | 14. 2          | 7. 8       | 8. 8     | 10. 9          |
| 11  | 9. 1    | 9. 1     | 16. 3          | 8. 4       | 8. 9     | 12. 6          |
| 12  | 9. 6    | 9. 0     | 17. 3          | 8. 7       | 8. 9     | 13. 1          |
| 13  | 9. 0    | 8. 2     | 14. 0          | 8. 1       | 8. 1     | 10. 4          |
| 14  | 8. 2    | 8. 9     | 13. 3          | 7. 5       | 8. 7     | 10. 4          |
| 15  | 8. 5    | 9. 8     | 14. 3          | 7. 7       | 9. 7     | 11. 0          |
| 16  | 8. 6    | 10. 5    | 14. 7          | 7. 7       | 10. 4    | 11. 2          |
| 17  | 7. 9    | 9. 6     | 13. 1          | 7. 3       | 9. 4     | 10. 2          |
| 18  | 8. 2    | 10. 4    | 13. 9          | 7. 5       | 10. 3    | 10. 7          |
| 19  | 8. 3    | 10. 1    | 14. 1          | 7. 5       | 10. 0    | 10. 7          |

|       |       |         |         |       |         |         |
|-------|-------|---------|---------|-------|---------|---------|
| 2 0 * | 6 . 4 | 1 1 . 3 | 6 . 4   | 5 . 9 | 1 1 . 1 | 5 . 0   |
| 2 1 * | 6 . 9 | 1 2 . 1 | 7 . 3   | 6 . 3 | 1 2 . 0 | 5 . 6   |
| 2 2 * | 7 . 1 | 1 2 . 6 | 8 . 1   | 6 . 4 | 1 2 . 5 | 6 . 2   |
| 2 3   | 9 . 1 | 7 . 8   | 1 3 . 3 | 8 . 2 | 7 . 6   | 1 0 . 2 |
| 2 4   | 9 . 6 | 7 . 6   | 1 3 . 6 | 8 . 6 | 7 . 4   | 1 0 . 5 |

表 2 (その2)

| N o . | 粉末の磁気特性 |          |                | ボンド磁石の磁気特性 |          |                |
|-------|---------|----------|----------------|------------|----------|----------------|
|       | Br(kG)  | iHc(kOe) | [BH] max(MGOe) | Br(kG)     | iHc(kOe) | [BH] max(MGOe) |
| 2 5   | 9 . 9   | 7 . 4    | 1 3 . 9        | 8 . 8      | 7 . 3    | 1 0 . 6        |
| 2 6   | 8 . 7   | 9 . 1    | 1 4 . 4        | 7 . 8      | 8 . 9    | 1 1 . 1        |
| 2 7   | 9 . 2   | 9 . 6    | 1 6 . 9        | 8 . 3      | 9 . 4    | 1 3 . 0        |
| 2 8   | 9 . 5   | 9 . 4    | 1 7 . 2        | 8 . 5      | 9 . 2    | 1 3 . 1        |
| 2 9   | 8 . 1   | 9 . 6    | 1 3 . 6        | 7 . 3      | 9 . 4    | 1 0 . 5        |
| 3 0   | 8 . 5   | 9 . 8    | 1 5 . 7        | 7 . 7      | 9 . 6    | 1 2 . 1        |
| 3 1   | 8 . 4   | 9 . 7    | 1 5 . 4        | 7 . 5      | 9 . 5    | 1 1 . 7        |
| 3 2   | 9 . 0   | 7 . 6    | 1 2 . 9        | 8 . 1      | 7 . 4    | 9 . 9          |
| 3 3   | 9 . 7   | 8 . 0    | 1 3 . 9        | 8 . 7      | 7 . 8    | 1 0 . 7        |
| 3 4   | 9 . 4   | 7 . 7    | 1 3 . 3        | 8 . 4      | 7 . 5    | 1 0 . 1        |
| 3 5   | 8 . 7   | 9 . 3    | 1 4 . 6        | 7 . 8      | 9 . 1    | 1 1 . 2        |
| 3 6   | 9 . 4   | 1 0 . 6  | 1 7 . 7        | 8 . 5      | 1 0 . 4  | 1 3 . 6        |
| 3 7   | 9 . 2   | 1 0 . 5  | 1 7 . 3        | 8 . 2      | 1 0 . 3  | 1 3 . 1        |
| 3 8   | 8 . 2   | 9 . 8    | 1 3 . 6        | 7 . 4      | 9 . 6    | 1 0 . 5        |
| 3 9   | 8 . 4   | 1 1 . 0  | 1 4 . 7        | 7 . 6      | 1 0 . 8  | 1 1 . 3        |
| 4 0   | 8 . 4   | 1 0 . 8  | 1 4 . 2        | 7 . 5      | 1 0 . 6  | 1 0 . 8        |
| 4 1   | 8 . 6   | 8 . 0    | 1 2 . 8        | 7 . 7      | 7 . 8    | 9 . 9          |
| 4 2   | 9 . 2   | 8 . 2    | 1 4 . 8        | 8 . 3      | 8 . 0    | 1 1 . 4        |
| 4 3   | 9 . 2   | 8 . 3    | 1 4 . 9        | 8 . 2      | 8 . 1    | 1 1 . 3        |
| 4 4   | 8 . 5   | 9 . 8    | 1 4 . 3        | 7 . 7      | 9 . 6    | 1 1 . 0        |

|     |      |        |        |      |        |        |
|-----|------|--------|--------|------|--------|--------|
| 4 5 | 8. 9 | 1 0. 2 | 1 6. 9 | 8. 0 | 1 0. 0 | 1 3. 0 |
| 4 6 | 8. 8 | 1 0. 5 | 1 6. 8 | 7. 8 | 1 0. 3 | 1 2. 8 |
| 4 7 | 7. 9 | 1 2. 5 | 1 3. 5 | 7. 1 | 1 2. 3 | 1 0. 4 |
| 4 8 | 8. 3 | 1 2. 2 | 1 4. 6 | 7. 5 | 1 2. 0 | 1 1. 2 |

表 2 (その3)

| No.   | 粉末の磁気特性 |          |        |           | ボンド磁石の磁気特性 |          |        |           |
|-------|---------|----------|--------|-----------|------------|----------|--------|-----------|
|       | Br(kG)  | iHc(kOe) | [BH]   | max(MGOe) | Br(kG)     | iHc(kOe) | [BH]   | max(MGOe) |
| 4 9   | 8. 1    | 1 1. 9   | 1 3. 9 |           | 7. 2       | 1 1. 7   | 1 0. 6 |           |
| 5 0   | 8. 4    | 8. 8     | 1 3. 0 |           | 7. 6       | 8. 6     | 1 0. 0 |           |
| 5 1   | 8. 7    | 8. 9     | 1 4. 1 |           | 7. 8       | 8. 7     | 1 0. 9 |           |
| 5 2   | 8. 6    | 9. 2     | 1 4. 4 |           | 7. 7       | 9. 0     | 1 0. 9 |           |
| 5 3   | 8. 1    | 1 1. 6   | 1 3. 6 |           | 7. 3       | 1 1. 4   | 1 0. 5 |           |
| 5 4   | 8. 4    | 1 2. 3   | 1 4. 9 |           | 7. 6       | 1 2. 1   | 1 1. 5 |           |
| 5 5   | 8. 3    | 1 2. 0   | 1 4. 6 |           | 7. 4       | 1 1. 8   | 1 1. 1 |           |
| 5 6   | 7. 6    | 1 4. 1   | 1 3. 8 |           | 6. 8       | 1 3. 8   | 1 0. 6 |           |
| 5 7   | 7. 5    | 1 5. 2   | 1 4. 2 |           | 6. 8       | 1 4. 9   | 1 0. 9 |           |
| 5 8   | 7. 8    | 1 3. 8   | 1 3. 9 |           | 6. 9       | 1 3. 5   | 1 0. 6 |           |
| 5 9 * | 7. 6    | 8. 6     | 9. 8   |           | 6. 8       | 8. 4     | 7. 5   |           |
| 6 0 * | 7. 5    | 8. 3     | 9. 3   |           | 6. 8       | 8. 1     | 7. 2   |           |
| 6 1 * | 7. 6    | 8. 7     | 1 0. 1 |           | 6. 8       | 8. 5     | 7. 7   |           |

比較例（\*を付した）の磁石粉末は、粉末の磁気特性からすでに劣るか、またはボンド磁石にしたものの磁気特性が低い。これは、結晶粒度の分布が、粗大なものだけであるか、または微細に過ぎたかが原因である。これら比較例の磁石粉末の電子顕微鏡写真を、それぞれ図4および図5に示す。

【0 0 3 1】

【実施例2】

実施例1で製造した磁石粉末No. 36に対し、6重量%のナイロン樹脂を混

合し、シリンダー温度 230℃ の二軸押出し混練機でペレット化した。このペレットを温度 260℃ で射出成形することにより、ボンド磁石を製造した。磁石の磁気特性を、同じく BH ループトレーサーにより測定して表 3 に示す値を得た。

【0032】

表 3

## ボンド磁石の磁気特性

| Br(kG) | iHc(kOe) | [BH] max(MGOe) |
|--------|----------|----------------|
| 6.5    | 10.3     | 7.8            |

【0033】

## 【実施例 3】

表 4 に示すような、Fe の一部を Co で置き換えた合金組成の溶湯から粉末をつくり、実施例 1 と同様にして磁石粉末とした。それらの粉末を使用して、実施例 1 と同じようにエポキシ樹脂をバインダーとする圧縮成形ボンド磁石を製造した。それら粉末およびボンド磁石の磁気特性を、磁石合金組成とともに、表 4 に示す。

【0034】

表 4

| 磁石合金組成  | 粉末の磁気特性 磁石の磁気特性 |       |          |      |       |          |
|---|-----------------|-------|----------|------|-------|----------|
|   | Br              | iHc   | [BH] max | Br   | iHc   | [BH] max |
|   | (kG)            | (kOe) | (MGOe)   | (kG) | (kOe) | (MGOe)   |
| Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>74.6</sub> Co <sub>4.9</sub> N <sub>12.3</sub>                    | 9.2             | 9.4   | 17.0     | 8.3  | 9.3   | 12.6     |
| Sm <sub>9.1</sub> Fe <sub>72.7</sub> Co <sub>4.5</sub> N <sub>13.6</sub>                    | 8.4             | 11.7  | 16.4     | 7.6  | 11.6  | 12.1     |
| Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>69.7</sub> Co <sub>9.8</sub> N <sub>12.3</sub>                    | 8.9             | 10.6  | 16.8     | 8.0  | 10.5  | 12.4     |
| Sm <sub>9.1</sub> Fe <sub>66.4</sub> Co <sub>10.9</sub> N <sub>13.6</sub>                   | 8.1             | 11.6  | 16.1     | 7.3  | 11.5  | 11.9     |
| Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>74.2</sub> Co <sub>4.9</sub> Nb <sub>0.5</sub> N <sub>12.2</sub>  | 9.1             | 9.6   | 16.9     | 8.2  | 9.5   | 12.5     |
| Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>69.3</sub> Co <sub>9.8</sub> Nb <sub>0.5</sub> N <sub>12.2</sub>  | 8.5             | 10.5  | 16.1     | 7.7  | 10.4  | 11.9     |
| Sm <sub>9.0</sub> Fe <sub>71.4</sub> Co <sub>5.4</sub> Nb <sub>0.5</sub> N <sub>13.6</sub>  | 8.7             | 9.9   | 16.2     | 7.8  | 9.8   | 12.0     |
| Sm <sub>9.0</sub> Fe <sub>66.0</sub> Co <sub>10.8</sub> Nb <sub>0.5</sub> N <sub>13.6</sub> | 8.3             | 11.8  | 16.3     | 7.5  | 11.7  | 12.1     |
| Sm <sub>8.1</sub> Fe <sub>73.5</sub> Co <sub>4.8</sub> Nb <sub>1.5</sub> N <sub>12.1</sub>  | 8.9             | 9.8   | 16.9     | 8.0  | 9.7   | 12.5     |



|   |     |      |      |     |      |      |
|---|-----|------|------|-----|------|------|
| $\text{Sm}_{8.1}\text{Fe}_{68.7}\text{Co}_{9.7}\text{Nb}_{1.5}\text{N}_{12.1}$  | 8.6 | 10.2 | 16.7 | 7.7 | 10.1 | 12.4 |
| $\text{Sm}_{9.0}\text{Fe}_{70.7}\text{Co}_{5.4}\text{Nb}_{1.5}\text{N}_{13.4}$  | 8.2 | 12.3 | 15.8 | 7.4 | 12.2 | 11.7 |
| $\text{Sm}_{9.0}\text{Fe}_{65.4}\text{Co}_{10.7}\text{Nb}_{1.5}\text{N}_{13.4}$ | 8.1 | 13.6 | 16.2 | 7.3 | 13.5 | 12.0 |

## 【 0 0 3 5 】

## 【発明の効果】

本発明の粉末磁石材料は、溶湯のロール急冷とそれに続く窒化により製造された  $\text{SmFeN}$  系磁石粉末において、既知の技術においては余儀なくされたほどの極端に速い冷却速度ほどでない、実施が容易な冷却速度で冷却したにもかかわらず、粒子径を調節したことにより、良好な磁気特性と、過度に薄くないフレークとして得られる。したがって本発明によるときは、磁石粉末製造上のメカニカルな問題が軽減されるだけでなく、フレークの歩留まりや製品品質上の問題を原理的に避けることができ、常に高い磁気特性をそなえた粉末磁石が得られる。

## 【 0 0 3 6 】

このようにして本発明は、高性能のボンド磁石を提供することができ、ボンド磁石が使用されるさまざまな機器類に対する、いっそうの高性能化・小型化の要請にこたえるものである。

## 【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の実施例 1 の No. 12 で製造した磁石粉末の電子顕微鏡写真。

【図 2】 本発明の実施例 1 の No. 36 で製造した磁石粉末の電子顕微鏡写真。

【図 3】 本発明の実施例 1 の No. 36 で製造した磁石粉末の X 線回折チャート。

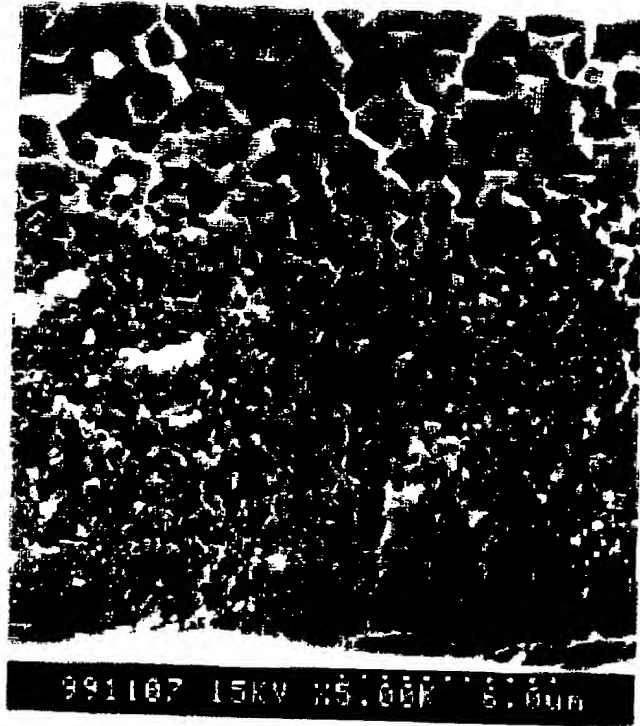
【図 4】 本発明の比較例 No. 7 で製造した磁石粉末の電子顕微鏡写真。

【図 5】 本発明の比較例 No. 13 で製造した磁石粉末の電子顕微鏡写真。

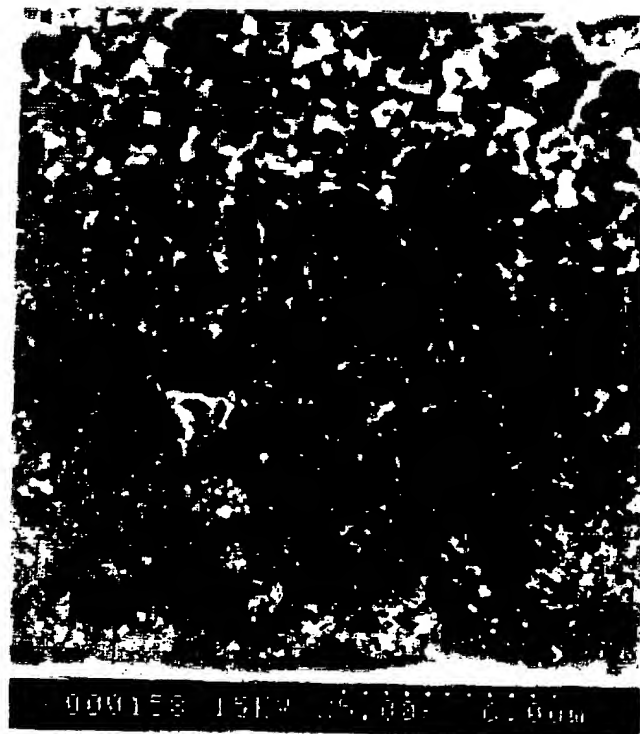
【書類名】

図面

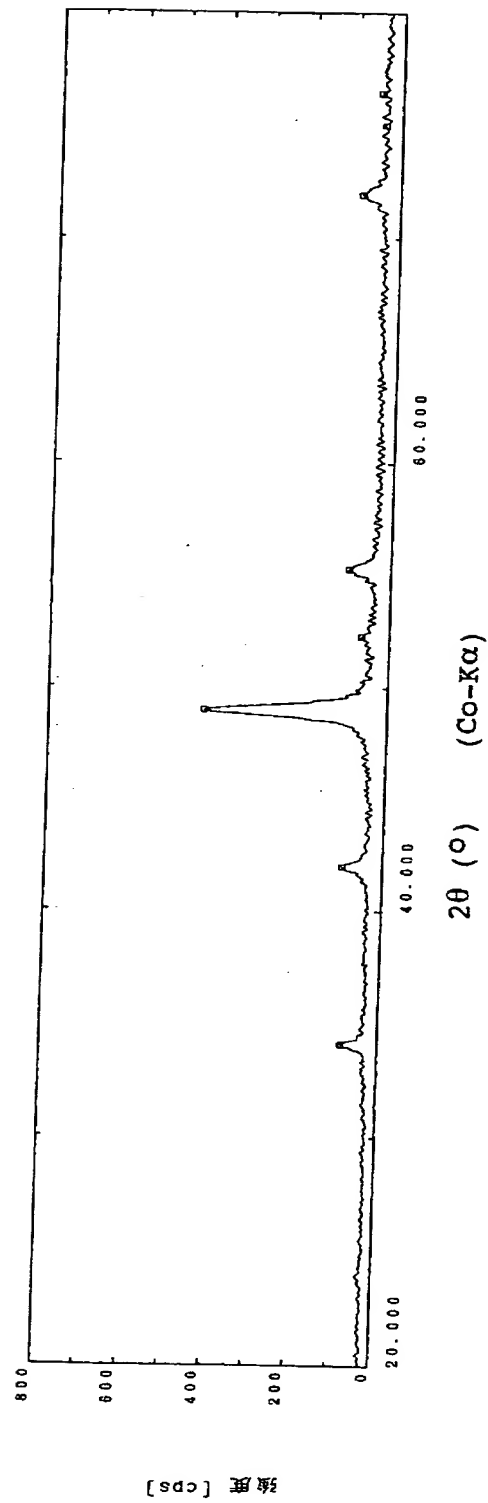
【図1】



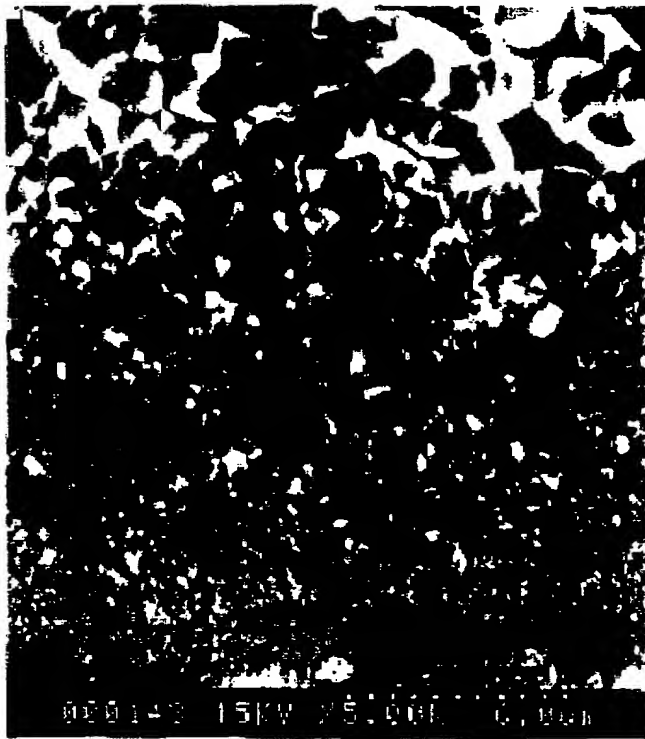
【図2】



【図3】



【図4】



【図5】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 溶湯のロール急冷、およびそれに続く窒化により  $\text{SmFeN}$  系磁石材料粉末を製造するに当たり、極端に速くはない冷却速度で冷却しても高い磁気特性をそなえた粉末磁石材料を取得し、それによって高性能なボンド磁石の提供を可能にすること。

【解決手段】  $\text{Sm}$ 、 $\text{Fe}$  および  $\text{Nb}$  からなる合金の溶湯を、周速を  $15 \sim 35 \text{ m/秒}$  の範囲に選んだ冷却ロールで急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することにより、 $\text{Sm}_x\text{Fe}_{100-x-z-v}\text{Nb}_z\text{N}_v$  [式中、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0 \leq z \leq 2.0$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 2.0$  である。] の組成と、 $\text{TbCu}_7$  構造を有し、体積にして  $80\%$  以上が直径  $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$  の範囲内の粒子である粉末磁石材料を製造する。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003713]

1. 変更年月日 1990年 8月27日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 愛知県名古屋市中区錦一丁目11番18号  
氏 名 大同特殊鋼株式会社